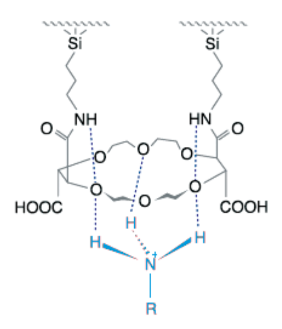
Colonnes ChiroSilR RCA(+) & SCA(-)

Les phases chirales ChiroSil RCA(+) and SCA(-), développées par RStech corporation à Daejeon, Corée, font partie des toutes nouvelles phases disponibles sur le marché. Préparées par greffage covalent trifonctionnel du sélecteur chiral (+) ou (-)-(18-Crown-6)-tetracarboxylic acid. Ces phases, disponibles sous forme de colonnes chirales analytiques ou préparatives, sont un excellent choix pour la séparation des aminoacides et des composés contenant des amines primaires.

Le greffage très robuste permet d'utiliser ces colonnes avec tous les solvants courants en HPLC. L'ordre d'élution peut être inversé en choisissant le greffon adapté.

- Greffage covalent stable qui garantit une grande robustesse à ces colonnes
- Compatibilité avec tous les solvants
- Possibilité d'inverser l'ordre d'élution
- Chaque colonne est individuellement testée
- Particulièrement adaptées aux séparations de composés contenant des amines primaires ou des amino-acides : alpha-aminoacides, alpha-aminoamides et esters, amines, aminoalcools, béta-bloquants, béta-aminoacides, Aryl alpha-aminocétones, analogues de la tocainide ,gemifloxacine, N-(3, 5-dinitrobenzoyl)-alpha-aminoacides, N-(3-dinitrobenzoyl)-alpha-aminoacides, N-benzyl-alpha-aminoacides



Structure du greffon ChiroSilR

Recommandations d'utilisation

- **Stockage** : stocker la colonne sous méthanol.
- **Température** : la colonne peut être utilisée en toute confiance de –5°C à 50°C quel que soit le solvant. Très souvent, une baisse de la température améliore la sélectivité chirale.
- **PH** : utilisables de 1,5 à 7,5

Rinçage de la colonne

Ne jamais stocker la colonne sous solvant contenant des composés acides. Si vous utilisez des solvants avec un additif acide, laver la colonne avec 20ml d'eau à 1ml/mn puis augmenter progressivement la concentration en méthanol. Finir par 20ml de méthanol pur avant de stocker la colonne.

Développement de méthode

- **Modifiant organique** : en général, le facteur de capacité et le facteur de résolution augmentent avec le pourcentage de modifiant organique dans la phase mobile.
- **Modifiant acide** : de nombreux acides peuvent être utilisés comme additifs dans la phase mobile afin d'améliorer la reconnaissance chirale (acétique, perchlorique, sulfurique, phosphorique, trifluoroacétique). Souvent, une forte concentration en acide n'améliore pas la résolution.
- **Température** : les facteurs de capacité, résolution et sélectivité sont fréquemment améliorés par une diminution de la température.
- **Equilibrage** : avant d'obtenir une stabilisation des facteurs de rétention, il est nécessaire d'équilibrer la colonne.

Modifiant acide Conditions initiales	Solvant d'analyse	Temps d'équilibrage	Débit	T°
Méthanol 100% (solvant de stockage)	84/16 MeOH/H_2O + 5mM $HClO_4$ 84/16 MeOH/H_2O + 10mM H_2SO_4	7 heures	1 ml/min	20°C
84/16 MeOH/H_2O + 10mM H_2SO_4	84/16 MeOH/H_2O + 10mM AcOH	3 heures	1 ml/min	20°C
84/16 MeOH/H_2O + 10mM AcOH	84/16 MeOH/H_2O + 5mM $HClO_4$	2 heures	1 ml/min	20°C
84/16 MeOH/H_2O + 5mM $HClO_4$	84/16 MeOH/H_2O + 10mM H_2SO_4	2 heures	1 ml/min	20°C

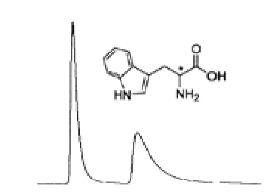
Descripton	Granulométrie	Porosité	Dimensions	Réf.
ChiroSil® RCA(+)	5 µm	100Å	150 x 4.6 mm	**CE7500**
ChiroSil® RCA(+)	5 µm		250 x 4.6 mm	**CE7510**
ChiroSil® SCA(-)	5 µm	100Å	150 x 4.6 mm	**CC4790**
ChiroSil® SCA(-)	5 µm	100Å	250 x 4.6 mm	**CE7520**

Caractéristiques de la silice sphérique, 5µm

Données	RCA(+) & SCA(-)
Carbone	10%C
Taux recouvrement	0.6µmol/m²
Distribution taille particules	dp90/dp10<1.55
Surface spécifique	330m²/g
Volume poreux	0.9ml/g
Distribution taille des pores	80% + 25
Pureté chimique de la silice (AAS or ICP)	Na<25ppm, Al<10ppm, Fe<10ppm

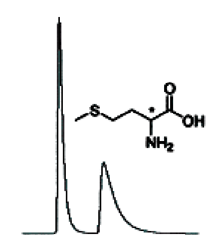
Tryptophan

ChiroSil® RCA(+) ou SCA(-)
15 x 4,6 mm i.d.
Phase mobile : (70/30) CH_3OH/H_2O + 10mM Acetic acid
Débit : 1,5 ml/min
Détection : UV à 210 nm
Run time : 11.0 min
k'$_1$: 4.06
α : 2.15



Methionine

ChiroSil® RCA(+) ou SCA(-)
15 x 4,6 mm i.d.
Phase mobile : (45/55) CH_3OH/H_2O + 10 mM Acetic acid
Débit : 1.0ml/min
Détection : UV à 210 nm
Run time : 7.5 min
k'$_1$: 1.64
α : 2.04



Analyse

B.431

interchim

Colonnes HPLC Chirales - Autres types

Colonnes P-CAP & P-CAP-DP

Lorazepam

(R,R) P-CAP
250 x 4,6 mm i.d.
Phase mobile : ACN/MeOH/NH4OAc: 70/30/20 mM
Débit : 1.0ml/min
Détection : UV à 254 nm
T° : 25 °C
Peak 1 : 5.97 min
Peak 2 : 8.12 min

Colonnes HPLC P-CAP

- Nouvelle phase polymérique échange de ligand
- Pas de limitations de solvants (mode phase normale ou inverse)
- Forte capacité pour applications préparatives
- Stable (polymère greffé par liaisons covalentes)
- Ordre d'élution réversible (formes R,R et S,S)
- Compatibles pour séparations SFC

Ces phases chirales sont synthétisées par polymérisation d'une diamine cyclique à la surface de la silice. La couche fine et ordonnée du polymère n'altère pas la surface poreuse de la matrice. Le structure du polymère entraîne une reconnaissance par structure spatiale et liaisons hydrogènes.

Ces phases chirales ne présentent aucun effet mémoire et peuvent supporter une grande variété de solvants. Des séparations ont été réalisées en acétone pure, heptane/éthanol, dichlorométhane/méthanol et éthylacétate. Des sels ou de l'acide acétique peuvent également être ajoutés à la phase mobile pour améliorer la reconnaissance chirale.

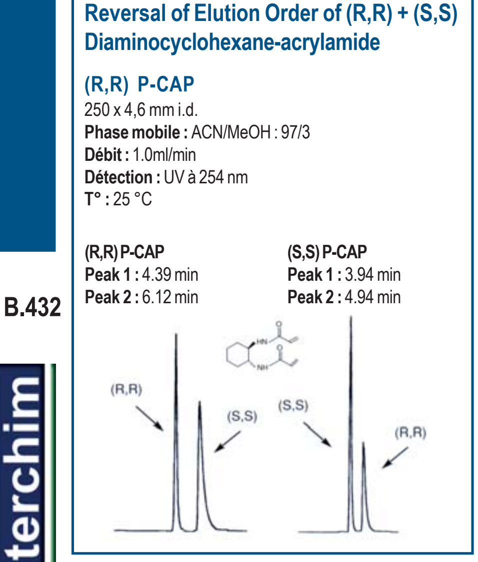
Structure du greffon P-CAP-DP

Colonnes HPLC P-CAP-DP

L'ajout des groupements phényl dans la structure (système Π-Π additif) permet d'augmenter sensiblement le nombre de composés séparés, en particulier acides hydroxycarboxyliques, alcools, sulfoxydes, esters, amides et amino acides N-bloqués.

- Moins polaires que les colonnes P-CAP
- Fortes capacités pour applications préparatives
- Stables (polymère greffé par liaisons covalentes)
- Ordre d'élution réversible (formes R,R et S,S)
- Compatibles pour séparations SFC

Les deux phases mobiles de base typiquement utilisées sont heptane/isopropanol ou éthanol (phase normale) ou acétonitrile/méthanol (phase inverse). Des acides ou tampons volatils peuvent être ajoutés pour améliorer la reconnaissance chirale ou augmenter la sensibilité en SM.



Description	Granulométrie	Dimensions	Forme (R,R)	Forme (S,S)
Colonne PCAP	3 µm	50x4.6 mm	**30021AST**	**32021AST**
Colonne PCAP	3 µm	100x4.6 mm	**30022AST**	**32022AST**
Colonne PCAP	3 µm	150x4.6 mm	**30023AST**	**32023AST**
Colonne PCAP	5 µm	100x2.1 mm	**31018AST**	**33018AST**
Colonne PCAP	5 µm	150x2.1 mm	**31019AST**	**33019AST**
Colonne PCAP	5 µm	250x2.1 mm	**31020AST**	**33020AST**
Colonne PCAP	5 µm	50x4.6 mm	**31021AST**	**33021AST**
Colonne PCAP	5 µm	100x4.6 mm	**31022AST**	**33022AST**
Colonne PCAP	5 µm	150x4.6 mm	**31023AST**	**33023AST**
Colonne PCAP	5 µm	250x4.6 mm	**31024AST**	**33024AST**
Colonne PCAP	5 µm	500x4.6 mm	**31026AST**	**33026AST**
Colonne PCAP	5 µm	250x10.0 mm	**31034AST**	**33034AST**
Colonne PCAP	5 µm	500x10.0 mm	**31036AST**	**33036AST**
Colonne PCAP	5 µm	250x21.2 mm	**31044AST**	**33044AST**
Colonne PCAP	5 µm	500x21.2 mm	**31046AST**	**33046AST**
Cartouche de garde PCAP		20x4.0 mm	**31100AST**	**33100AST**
Colonne PCAP-DP	3 µm	150x4.6 mm	**34023AST**	**36023AST**
Colonne PCAP-DP	5 µm	150x2.1 mm	**35019AST**	**37019AST**
Colonne PCAP-DP	5 µm	150x4.6 mm	**35023AST**	**37023AST**
Colonne PCAP-DP	5 µm	250x4.6 mm	**35024AST**	**37024AST**
Colonne PCAP-DP	5 µm	250x10.0 mm	**35034AST**	**37034AST**
Colonne PCAP-DP	5 µm	250x21.2 mm	**35044AST**	**37044AST**
Cartouche de garde PCAP-DP		20x4.0 mm	**35100AST**	**37100AST**
Support de cartouche de garde			**21150AST**	**21150AST**

Colonnes Chirobiotic V™

- Antibiotique macrocyclique fixé par liaisons covalentes à une silice sphérique 5µm
- Vaste sélectivité chirale : amines, esters, amides, molécules neutres
- Multi modes - stable, efficace et très reproductible
- Enantiosélectivité importante à la fois en phase normale et en phase inverse
- Haute capacité pour séparation préparative.

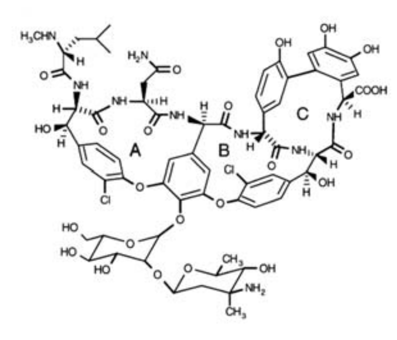
Le concept d'utilisation d'antibiotiques macrocycliques comme phases stationnaires a été introduit pour la première fois par le Dr D.W. Armstrong à la Pittsburg conférence en mars 1994.

La colonne Chirobiotic V™ est la première d'une série à nouvelle technologie basée sur le greffage d'antibiotiques pour des séparations chirales. La Vancomycine est un glycopeptide amphotère qui comporte 18 centres chiraux entourant trois "poches" ou "cavités".

Cinq cycles aromatiques relient ces cavités stratégiques et des sites accepteurs et donneurs sont disponibles près des cycles. Ce type d'arrangement est connu pour être hautement favorable aux mécanismes d'énantiosélectivité.

La structure de la vancomycine indique que tous les types d'interactions rencontrés avec les phases protéines et les phases cellulosiques sont possibles : complexation Π-Π, liaisons hydrogène, interactions stériques, complexes d'inclusion.

- Avantages des phases protéines sans leurs inconvénients en phase inverse.
- Avantages des phases cellulose sans leurs inconvénients en phase normale.
- 18 centres chiraux
- Modes d'interaction multiples.

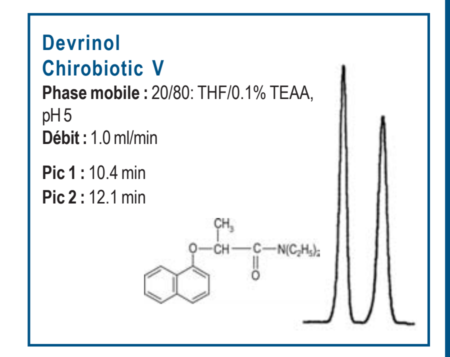


Structure proposée pour le Glycopeptide Vancomycine
M~1449
18 centres chiraux
Point Isoelectrique : 7,2
3 cavités d'inclusion (A,B,C)
pK's : 2,9, 7,2, 8,6, 9,6, 10,4, 11,7

Description	Dimensions	Réf.
Chirobiotic V™	150 x 4,6mm	**11023AST**
Chirobiotic V™	250 x 4,6mm	**11024AST**
Chirobiotic V™	500 x 4,6mm	**11026AST**
Chirobiotic V™	150 x 2mm	**11019AST**
Chirobiotic V™	250 x 2mm	**11020AST**
Chirobiotic V™	250 x 10mm	**11034AST**
Cartouche de garde	20 x 4mm	**11100AST**
Cartouche de garde	20 x 1mm	**11101AST**
Support de cartouche de garde		**21150AST**

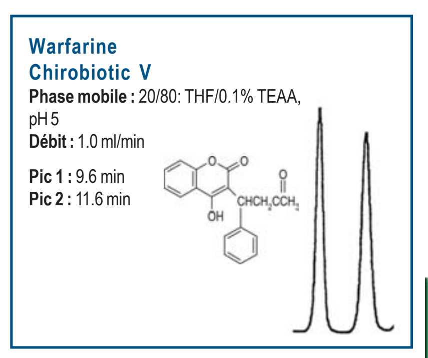
Devrinol
Chirobiotic V
Phase mobile : 20/80: THF/0.1% TEAA, pH 5
Débit : 1.0 ml/min

Pic 1 : 10.4 min
Pic 2 : 12.1 min



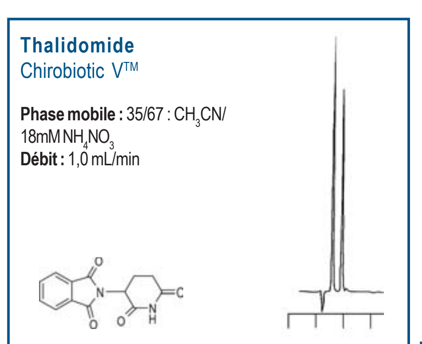
Warfarine
Chirobiotic V
Phase mobile : 20/80: THF/0.1% TEAA, pH 5
Débit : 1.0 ml/min

Pic 1 : 9.6 min
Pic 2 : 11.6 min



Thalidomide
Chirobiotic V™

Phase mobile : 35/67 : CH_3CN/ 18mM NH_4NO_3
Débit : 1,0 mL/min



Analyse

B.433

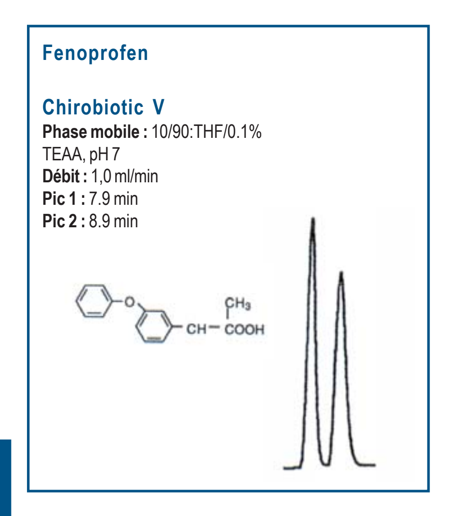
interchim

Colonnes HPLC Chirales - Autres types

Colonnes Chirobiotic V™

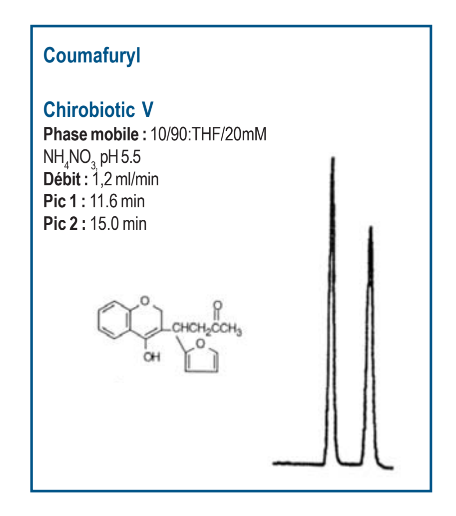
Séparations analytiques

Séparation phase inverse



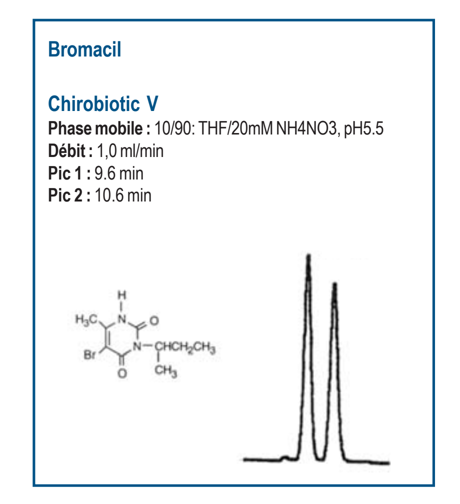
Fenoprofen

Chirobiotic V
Phase mobile : 10/90:THF/0.1% TEAA, pH 7
Débit : 1,0 ml/min
Pic 1 : 7.9 min
Pic 2 : 8.9 min



Coumafuryl

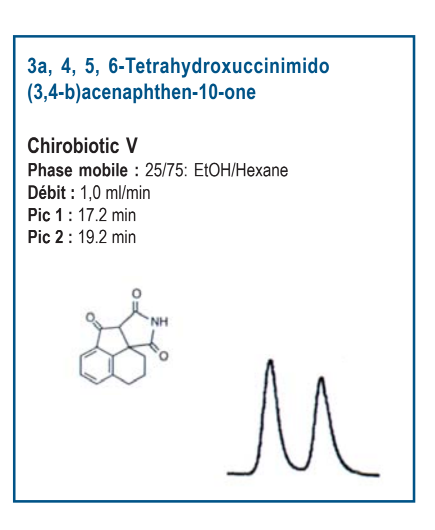
Chirobiotic V
Phase mobile : 10/90:THF/20mM NH_4NO_3 pH 5.5
Débit : 1,2 ml/min
Pic 1 : 11.6 min
Pic 2 : 15.0 min



Bromacil

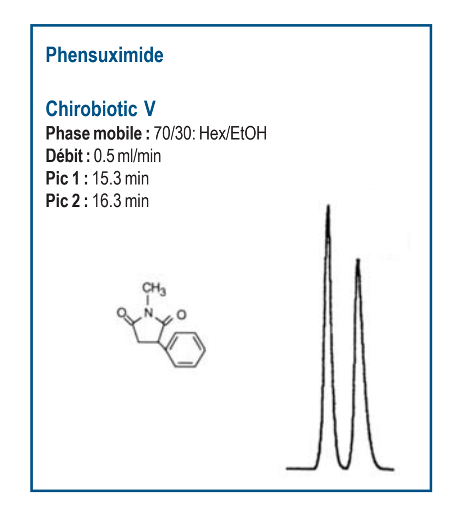
Chirobiotic V
Phase mobile : 10/90: THF/20mM NH4NO3, pH5.5
Débit : 1,0 ml/min
Pic 1 : 9.6 min
Pic 2 : 10.6 min

Séparation phase normale



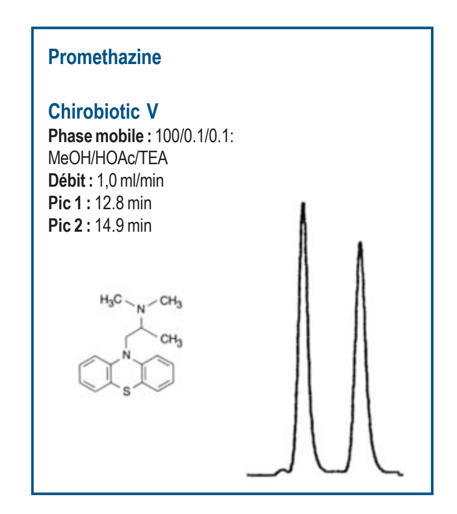
3a, 4, 5, 6-Tetrahydroxuccinimido (3,4-b)acenaphthen-10-one

Chirobiotic V
Phase mobile : 25/75: EtOH/Hexane
Débit : 1,0 ml/min
Pic 1 : 17.2 min
Pic 2 : 19.2 min



Phensuximide

Chirobiotic V
Phase mobile : 70/30: Hex/EtOH
Débit : 0.5 ml/min
Pic 1 : 15.3 min
Pic 2 : 16.3 min



Promethazine

Chirobiotic V
Phase mobile : 100/0.1/0.1: MeOH/HOAc/TEA
Débit : 1,0 ml/min
Pic 1 : 12.8 min
Pic 2 : 14.9 min

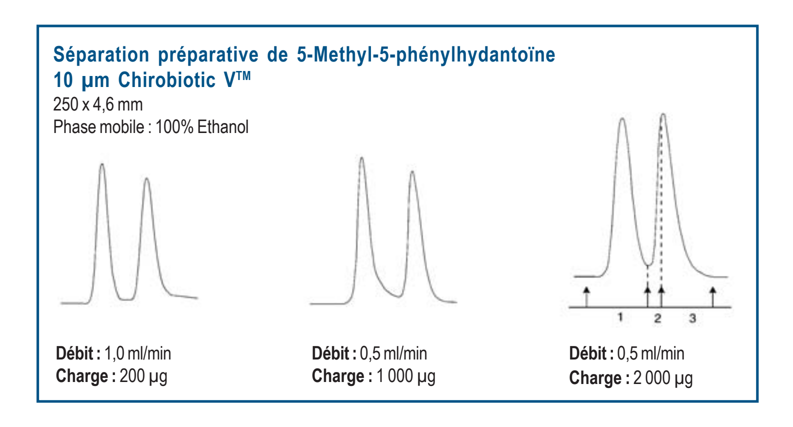
Séparations préparatives

La colonne Chirobiotic V™ tolère une charge en échantillon beaucoup plus importante que les autres colonnes chirales à la fois en phase normale et en phase inverse.

De plus la possibilité d'utilisation des tampons volatils ou simplement de l'eau en fait un outil idéal pour la préparative.

Pour la préparative des colonnes 250 et 500 mm x 21,2. 250 x 50 mm sont disponibles sur demande.

Nous consulter.



Séparation préparative de 5-Methyl-5-phénylhydantoïne
10 µm Chirobiotic V™
250 x 4,6 mm
Phase mobile : 100% Ethanol

Débit : 1,0 ml/min	**Débit :** 0,5 ml/min	**Débit :** 0,5 ml/min
Charge : 200 µg	**Charge :** 1 000 µg	**Charge :** 2 000 µg

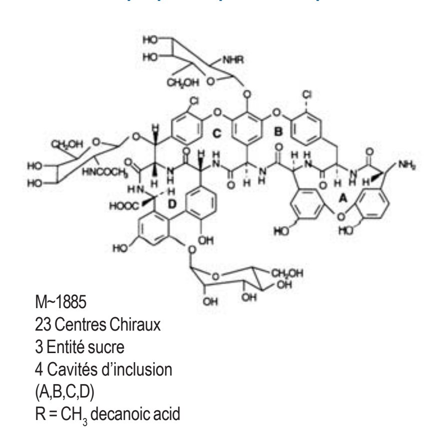
Réf. Bibliographiques : D.W. Armstrong, Y. Tang, S. Chen, Y. Zhou, C. Bagwill, J.R. Chen, Macrocyclic Antibiotics as a New Class of Chiral Selectors for Liquid Chromatography, Analytical Chemistry, Vol. 66, N°9, p1473-1484 (1994).

Colonnes Chirobiotic T™

- Antibiotique macrocylique fixé par liaisons covalentes à une silice sphérique 5µm
- Vaste sélectivité chirale
- Résolution parfaite des acides aminés non dérivatisés et des acides hydroxycarboxyliques
- Très stable
- Capacité importante pour applications préparatives (phase 10 µm disponible en vrac)

La Teicoplanine est une molécule exceptionnelle : elle contient 23 centres chiraux, 4 cavités d'inclusion, 7 cycles aromatiques. Cette structure est extrêmement favorable à la chiralité et tous les types de reconnaissance peuvent être observés avec ces colonnes.

Structure proposée pour Teicoplanine



M~1885
23 Centres Chiraux
3 Entité sucre
4 Cavités d'inclusion (A,B,C,D)
R = CH_3 decanoic acid

Stabilité

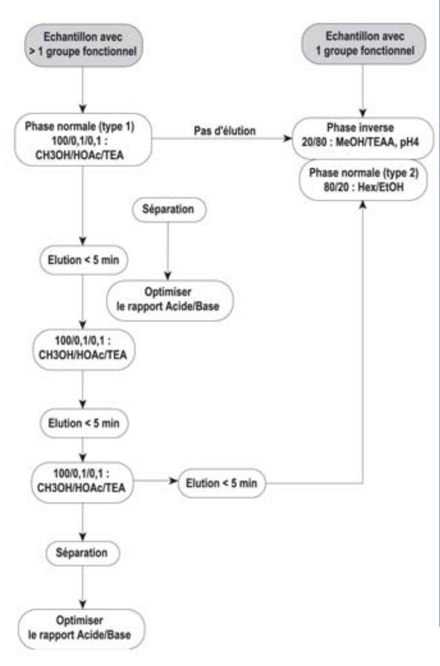
Sa stabilité permet de travailler sous différents modes : sur tous les composés testés actuellement, 55% sont résolus en phase inverse, 35% en phase normale et 10% en phase organique polaire.

Phase inverse
La sélectivité est optimisée en contrôlant la concentration en modifiant organique, le tampon, le pH, le débit ou la température. Une grande variété de solvants a été testée: le méthanol semble donner les meilleures sélectivités, suivi par l'éthanol.

Phase normale
La phase Teicoplanine peut être utilisée sans limitation dans tout solvant chloré ou apolaire. La sélectivité est optimisée en ajustant le taux de modifiant polaire (l'éthanol est souvent préférable à l'IPA).

Phase organique polaire
Ce système est constitué d'un mélange de 4 composés : CH3CN, CH3OH, HOAc et TEA. Les deux premiers composés ajustent la rétention, les deux derniers, la résolution. Un mélange type est 455/545/2/2. Pour plus d'informations, demander le bulletin technique LC-93/POM.

Protocole de développement de méthode sur Chirobiotic T™



Sélectivité

Grâce à sa structure et à sa stabilité, la colonne Chirobiotic T™ présente une large gamme d'applications. Elle permet la séparation chirale de molécules aussi diverses que les aminoacides dérivés ou non, les composés acides (acides organiques ou phénols), les petits peptides, les amines cycliques aromatiques, …

La plupart des acides aminés sont résolus dans une phase mobile simple (type éthanol/eau). Un des aspects majeurs de cette sélectivité est sa complémentarité avec celle de la colonne Chirobiotic V™.

Colonnes Chirobiotic T™

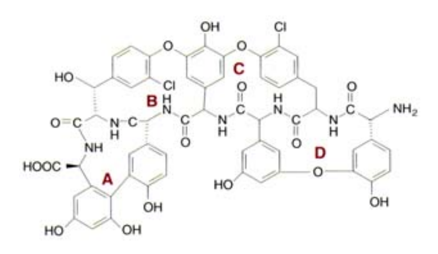
Description	Dimensions	Réf.
Colonnes Chirobiotic T™	150 x 4,6 mm	**12023AST**
Colonnes Chirobiotic T™	250 x 4,6 mm	**12024AST**
Colonnes Chirobiotic T™	250 x 10 mm	**12034AST**
Colonnes Chirobiotic T™	250 x 22,1 mm	**12044AST**
Cartouche de garde	20 x 4 mm	**12100AST**
Support cartouche de garde		**21150AST**

Colonnes disponibles en 500 mm et en 2" ou 4" i.d.



Colonnes HPLC Chirales - Autres types

Colonnes Chirobiotic TAG



Stucture du greffon

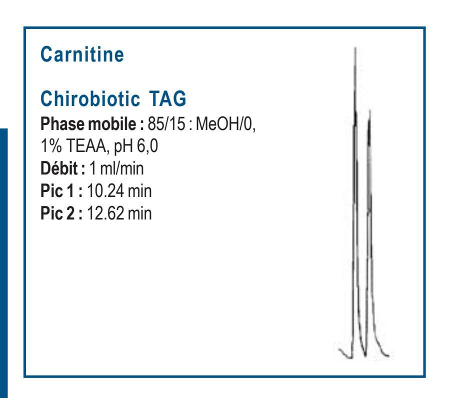
La chirobiotic TAG est une variante de chirobiotic T. Les sucres sont retirés de la fonction Teicoplanin pour produire une structure aglycone.

La sélectivité est améliorée pour l'analyse de molécules amphotères comme les acides aminés.

De nombreux acides aminés peu courants ont été séparés sur cette phase. L'analyse de la carnitine est une des plus importante séparations réalisées sur cette colonne.

La sélectivité pour des composés autres que les acides aminés est modifiée, indiquant l'importance de la fonction sucre sur ces glycopeptides.

- Sélectivité améliorée pour les composés amphotères



DOPA on CHIROBIOTIC T
Phase mobile : 60/40 : MeOH/1% TEAA, pH 4,1
Débit : 1 ml/min

Pic 1 : 4.54 min
Pic 2 : 6.52 min

HO, HO, COOH, NH$_2$

Pic 1 : 4.69 min
Pic 2 : 28.23 min

Colonnes Chirobiotic TAG

Description	Dimensions	Réf.
Colonne CHIROBIOTIC TAG	150 x 2,0 mm	**14019AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	250 x 2,0 mm	**14020AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	50 x 4,6 mm	**14021AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	150 x 4,6 mm	**14023AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	250 x 4,6 mm	**14024AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	250 x 10,0 mm	**14034AST**
Colonne CHIROBIOTIC TAG	250 x 22,1 mm	**14044AST**
Cartouche de garde	2 cm x 4,0 mm	**14100AST**
Cartouche de garde	2 cm x 1 mm	**14101AST**
Support de cartouche		**21150AST**

Tel 33 (0)4 70 03 88 55 ● Hot line 33 (0)4 70 03 73 09 ● Fax 33 (0)4 70 03 82 60

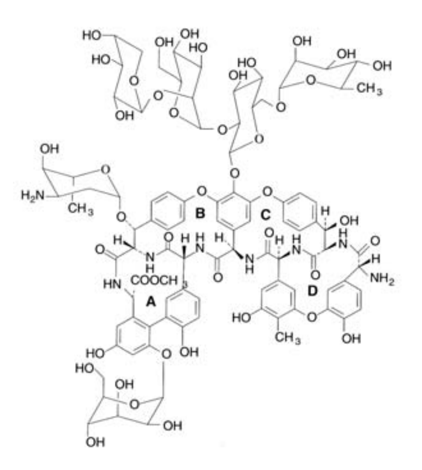
Colonnes Chirobiotic R

La Chirobiotic R possède le greffage glycopeptide le plus complexe.

Il consiste en une liaison covalente multiple, d'une molécule du type V et T, contenant 28 centres chiraux autour de quatre cavités. L'aquine chirale apparaît comme le site actif prédominant.

Il en résulte une excellente sélectivité pour les composés anioniques chiraux. Les di et tripeptides sont correctement résolus sur cette phase.

Les autres structures séparées comprennent les profens, les hydroxyacides, les aminoesters, les imides et les hydantoïnes.



Stucture proposée pour la Ristocetin A

Colonnes Chirobiotic R

Description	Dimensions	Réf.
Colonne CHIROBIOTIC R	150 x 2,0 mm	**13019AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	250 x 2,0 mm	**13020AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	50 x 4,6 mm	**13021AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	150 x 4,6 mm	**13023AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	250 x 4,6 mm	**13024AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	250 x 10,0 mm	**13034AST**
Colonne CHIROBIOTIC R	250 x 22,1 mm	**13044AST**
Cartouche de garde	2 cm x 4,0 mm	**13100AST**
Cartouche de garde	2 cm x 1 mm	**13101AST**
Support de cartouche		**21150AST**

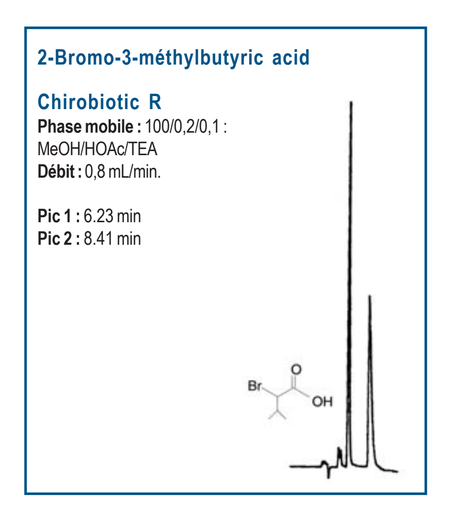
kétoprofen

Chirobiotic R
Chirobiotic R
Phase mobile : 100/0,02/0,01 : MeOH/HOAc/TEA
Pic 1 : 7.84 min
Pic 2 : 8.80 min

2-Bromo-3-méthylbutyric acid

Chirobiotic R
Phase mobile : 100/0,2/0,1 : MeOH/HOAc/TEA
Débit : 0,8 mL/min.

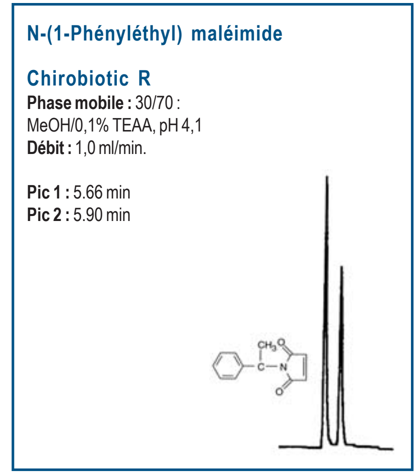
Pic 1 : 6.23 min
Pic 2 : 8.41 min



N-(1-Phényléthyl) maléimide

Chirobiotic R
Phase mobile : 30/70 : MeOH/0,1% TEAA, pH 4,1
Débit : 1,0 ml/min.

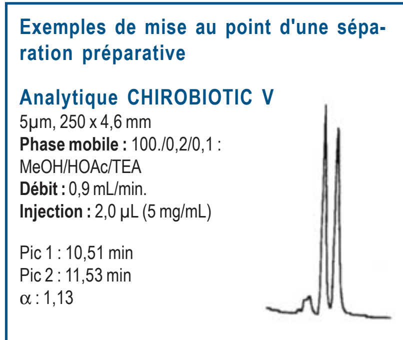
Pic 1 : 5.66 min
Pic 2 : 5.90 min





Colonnes HPLC Chirales - Autres types

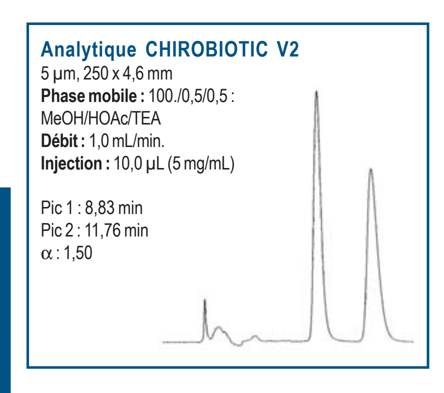
Colonnes Chirobiotic V2 et T2



Exemples de mise au point d'une séparation préparative

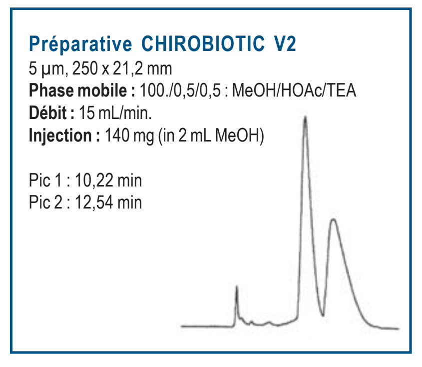
Analytique CHIROBIOTIC V
5µm, 250 x 4,6 mm
Phase mobile : 100./0,2/0,1 : MeOH/HOAc/TEA
Débit : 0,9 mL/min.
Injection : 2,0 µL (5 mg/mL)

Pic 1 : 10,51 min
Pic 2 : 11,53 min
α : 1,13



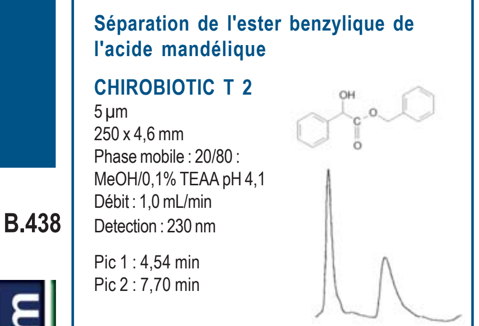
Analytique CHIROBIOTIC V2
5 µm, 250 x 4,6 mm
Phase mobile : 100./0,5/0,5 : MeOH/HOAc/TEA
Débit : 1,0 mL/min.
Injection : 10,0 µL (5 mg/mL)

Pic 1 : 8,83 min
Pic 2 : 11,76 min
α : 1,50



Préparative CHIROBIOTIC V2
5 µm, 250 x 21,2 mm
Phase mobile : 100./0,5/0,5 : MeOH/HOAc/TEA
Débit : 15 mL/min.
Injection : 140 mg (in 2 mL MeOH)

Pic 1 : 10,22 min
Pic 2 : 12,54 min



Séparation de l'ester benzylique de l'acide mandélique

CHIROBIOTIC T 2
5 µm
250 x 4,6 mm
Phase mobile : 20/80 : MeOH/0,1% TEAA pH 4,1
Débit : 1,0 mL/min
Detection : 230 nm

Pic 1 : 4,54 min
Pic 2 : 7,70 min

Séparation de Terbulatine

CHIROBIOTIC T2
5 µm, 250 x 4,6 mm
Phase mobile : 100/0,1 : MeOH/NH_4TFA
Débit : 1,0 mL/min.
Detection : 230 nm

Pic 1 : 9,70 min
Pic 2 : 16,06 min

Les analyses en mode polaire organique et polaire ionique sont devenues de plus en plus populaires grâce à leur compatibilité avec la détection MS et la chromatographie liquide préparative.

Après deux années d'études approfondies dans la compréhension de ces mécanismes, Astec a développé de nouvelles possibilités pour repousser encore plus loin leur efficacité. Des modifications dans la chimie de greffage et la silice employée ont conduit aux nouvelles phases Chirobiotic T2 et V2 , colonnes de choix pour les séparations difficiles et la préparative.

Ces deux nouvelles phases augmentent les possibilités de la série Chirobiotic. Elles sont recommandées pour l'optimisation des procédés de séparation alors que les Chirobiotic standards restent des outils pratiques pour le screening et les applications en phase inverse.

- Amélioration de la sélectivité
- Capacité augmentée d'un facteur 2 à 20
- Idéales pour les molecules basiques
- Séparation correcte des composés neutres en méthanol pur

Note technique :

En général, le **mode polaire organique** réclame l'utilisation d'éluants composés d'alcools purs ou en mélange avec l'acétonitrile. Les colonnes Chirobiotic fonctionnent mieux avec le méthanol pur pour les composés neutres.

L'éthanol et l'acétonitrile peuvent être ajoutés pour améliorer la séparation. A contrario, le **mode polaire ionique** fonctionne toujours avec le méthanol en combinaison avec des acides ou des bases volatiles pour une meilleure sélectivité.

Les bases et les acides peuvent être remplacés, dans de nombreux cas, par des sels volatils de type trifluoroacétate d'ammonium, formate ou acétate d'ammonium à des concentrations variant de 1 à 0,01%, 0,1% étant la valeur courante.

Description	Dimensions	Réf.
Colonne CHIROBIOTIC V2	100 x 4,6 mm	**15022AST**
Colonne CHIROBIOTIC V2	150 x 4,6 mm	**15023AST**
Colonne CHIROBIOTIC V2	250 x 4,6 mm	**15024AST**
Colonne CHIROBIOTIC V2	250 x 10,0 mm	**15034AST**
Colonne CHIROBIOTIC V2	250 x 21,2 mm	**15044AST**
Colonne CHIROBIOTIC T2	100 x 4,6 mm	**16022AST**
Colonne CHIROBIOTIC T2	150 x 4,6 mm	**16023AST**
Colonne CHIROBIOTIC T2	250 x 4,6 mm	**16024AST**
Colonne CHIROBIOTIC T2	250 x 10,0 mm	**16034AST**
Colonne CHIROBIOTIC T2	250 x 21,2 mm	**16044AST**

Pour vous aider à utiliser les colonnes chirobiotic, Astec propose une brochure de 44 pages incluant les thèmes suivants :

- Compréhension du mécanisme de séparation
- Compositions des phases mobiles
- Optimisation des méthodes
- Couplage de colonnes
- Séparations préparatives
- 100 exemples de séparations

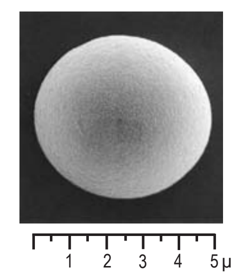
Kit de développement

Description	Réf.
Le kit comprend : 1 colonne Chiriobiotic V HPLC, 100 x 4,6 mm 1 colonne Chiriobiotic T HPLC, 100 x 4,6 mm 1 colonne Chiriobiotic R HPLC, 100 x 4,6 mm 2 coupleurs de colonne 1 chiriobiotic handbook 1 manuel d'utilisation du kit de développement de méhode	**10000AST**

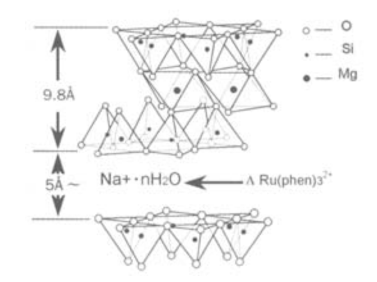
Colonnes Ceramospher RU-1 & RU-2

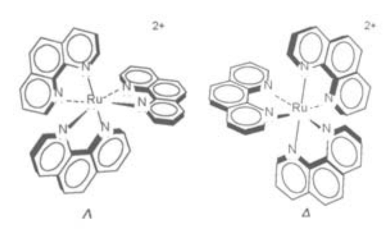
- Reconnaissance chirale pour de nombreux composés
- Capacité de charge très importante
- Excellente stabilité mécanique (200 bars)
- Faible porosité (4nm)
- Surface spécifique élevée (300 m2/g)
- Bonne stabilité thermique

Les phases Ceramospher RU-1 et RU-2 sont obtenues par échange d'ions entre les ions sodium d'une matrice céramique et un complexe de ruthénium optiquement actif sur une bille poreuse sphérique de céramique (silicate de sodium et magnésium). Ce greffon présente une reconnaissance chirale pour un grand nombre de molécules, qu'elles soient acides, neutres ou basiques. La capacité de charge de ces colonnes est remarquable (de l'ordre de 5 à 6 fois celles observées avec des silices "classiques"). Cette caractéristique est particulièrement intéressante si une évolution vers l'échelle préparative est envisagée.



Structure céramique sphérique parfaitement contrôlée





Structure of RU(phen)$_3^{2+}$

Ceramospher RU-1

Permet la séparation d'une large variété de composés chiraux en mode normal. L'adjonction d'eau dans la phase mobile est prohibée.

- Plage de température : 20 à 60°C (méthanol)
- pH : 3 à 6,5

En plus du méthanol qui doit être essayé en priorité, les solvants non aqueux type éthanol, isopropanol, acétonitrile, choroforme ou hexane peuvent être utilisés. Des additifs sont également possibles (1% de diéthylamine, isopropylamine, triéthylamine ou acide acétique). La colonne doit être stockée dans le méthanol.

Ceramospher RU-2

Ceramosphere RU-1 qui a subi un traitement hydrophobe afin de pouvoir l'utiliser en phase inverse.

- Plage de température : 15 à 60°C (méthanol ou eau)
- pH : 3 à 6,5

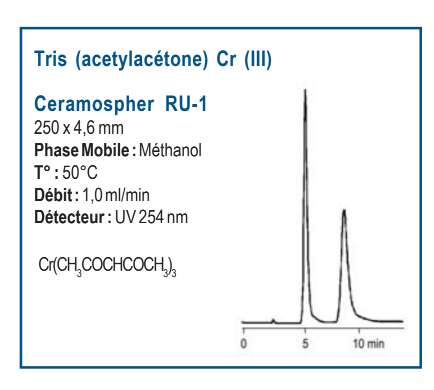
Préparation de phases mobiles adaptées :

	Non aqueuses	Aqueuses (10-70%vol)
Composés neutres	MeOH ou acétonitrile 0.5 à 5 mmol/L (attention à la solubilité)	Potassium dihydrogénophosphate
Composés basiques	0.1-1vol% diéthylamine / MeOH ou acétonitrile	0.01-0.1vol% diéthylamine/MeOH ou acétonitrile
Composés acides	0.1-1vol% Acide acétique / MeOH ou acétonitrile	Acide acétique de 0.01-0.11vol% / MeOH ou acétonitrile Potassium dihydrogénophosphate de 0.5 à 5 mmol/L (attention à la solubilité)
Amphotères	Dérivatiser et traiter comme un composé neutre	

En cas d'utilisation de phase mobile contenant de l'acide acétique, il est possible que les éluats soient légèrement colorés : ceci n'affecte pas les performances de la colonne. Eliminer comme un liquide contenant des métaux lourds.

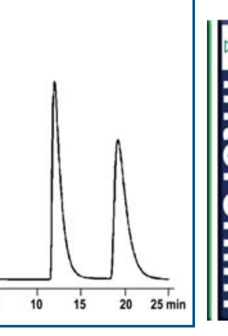
Stockage des colonnes Ceramospher

Stocker les colonnes sous méthanol, à température basse et constante. Après utilisation de phases mobiles contenant des additifs tels amines ou acide acétique, rincer longuement la colonne au méthanol avant de la stocker.



Chlormezanone

Ceramospher RU-1
250 x 4,6 mm
Phase Mobile : Méthanol
T° : 50°C
Débit : 1,0 ml/min
Détecteur : UV 254 nm



Colonnes Ceramospher RU-1 & RU-2

Descripton	Granulométrie	Porosité	Dimensions	Réf.
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	35x4,6 mm	**50501**
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	150x4,6 mm	**50503**
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	250x4,6 mm	**50504**
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	250x6,0 mm	**50514**
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	250x10 mm	**50524**
Ceramospher Chiral RU-1	5 µm	40Å	250x20 mm	**50526**
Ceramospher Chiral RU-2	5 µm	40Å	250x2,0 mm	**50404**
Ceramospher Chiral RU-2	5 µm	40Å	150x4,6 mm	**50603**
Ceramospher Chiral RU-2	5 µm	40Å	250x4,6 mm	**50604**
Ceramospher Chiral RU-2	5 µm	40Å	250x10 mm	**50613**
Ceramospher Chiral RU-2	5 µm	40Å	250x20 mm	**50616**

Colonnes "Davankov"

Echange de ligand type «Davankov»

Cette phase stationnaire, développée par le professeur V. Davankov, est préconisée pour la séparation des énantiomères d'acides aminés.

Elle fonctionne sur le principe de l'échange de ligand et nécessite une phase mobile aqueuse méthanolique contenant un acétate de cuivre(II).

L'énantiosélectivité est très intéressante (facteur de sélectivité jusqu'à 16).

- **Colonne de type «Davankov» :** livrée avec recommandations et manuel d'utilisation.
- **Kit de conversion :** permet de conditionner une colonne C18 «standard» en phase de type Davankov.

Le kit contient le réactif de Davankov A, un dérivé d'hydroxyproline et une solution d'acétate de cuivre(II) en quantité suffisante pour imprégner une colonne de 150x4,6mm et préparer la phase mobile.

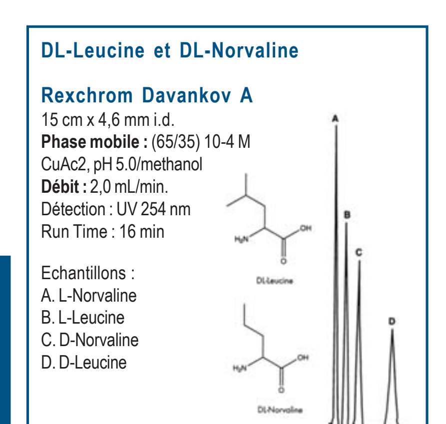
La procédure détaillée est incluse dans le kit.

Description	Caractéristique de la phase	Dimensions	Réf.
Colonne type «Davankov»	5 µm, 100Å	150x4,6 mm	**731653**
Kit réactif «Davankov»			**731650**
Colonne C18	5 µm, 100Å	150x4,6 mm	**US3230**

DL-Leucine et DL-Norvaline

Rexchrom Davankov A
15 cm x 4,6 mm i.d.
Phase mobile : (65/35) 10-4 M CuAc2, pH 5.0/methanol
Débit : 2,0 mL/min.
Détection : UV 254 nm
Run Time : 16 min

Echantillons :
A. L-Norvaline
B. L-Leucine
C. D-Norvaline
D. D-Leucine



Analyses



Colonnes Kromasil® CHI-I & CHI-II

- Deux sélecteurs chiraux différents
- Stabilité chimique et mécanique
- Large gamme d'applications
- Développement préparatif facile

Monomère chiral Hydroxysilane Polymère chiral Greffon chiral

Figure 1 : Synthèse d'un polymère chiral

La silice

Ces colonnes sont remplies avec la silice Kromasil®, bien connue pour ses qualité mécaniques et pour sa parfaite reproductibilité. Ces facteurs sont très importants : ils conditionnent le passage dans de bonnes conditions à l'échelle préparative.

De plus, l'état de surface de la silice affecte la sélectivité des colonnes chirales : le niveau de contrôle des silices Kromasil® garantit une parfaite reproductibilité de colonne à colonne.

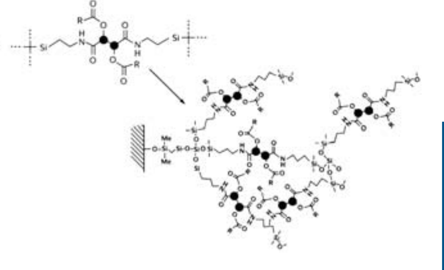


Figure 2 : Greffage du polymère chiral à la silice Kromasil®

Les greffons chiraux

Deux phases ont été développées par Eka Nobel pour une sélectivité plus polyvalente:

- Kromasil CHI-I : O,O'-bis(3,5-dimethylbenzoyl)-N,N'-diallyl-L-tartardiamide
- Kromasil CHI-II : O,O'-bis(4-tert-butylbenzoyl)-N,N'-diallyl-L-tartardiamide.

La phase chirale

On fait réagir les greffons chiraux avec un silane multifonctionnel afin de créer un réseau polymérique contenant le sélecteur chiral (fig.1). Ce polymère est ensuite greffé chimiquement sur la silice sphérique Kromasil® (fig. 2).

Ces phases sont disponibles en 5 et 10 µm pour satisfaire à toutes les applications : analytiques pour les supports de 5 µm (efficacité importante) et préparatives pour les supports de 10 µm (efficacité très correcte et perte de charge limitée). Les meilleures sélectivités sont obtenues dans des conditions de phase normale. Ces phases sont également stables sous conditions de phase inverse.

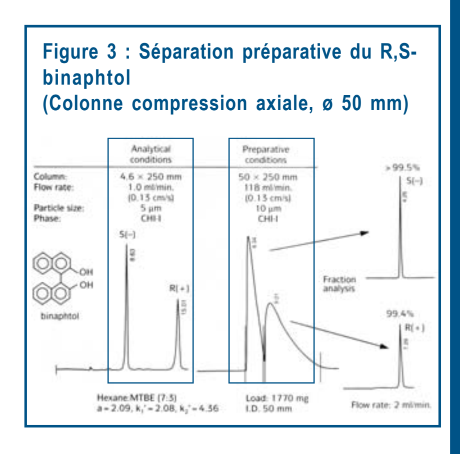


Stabilité chimique et mécanique

En préparative (colonnes de diamètre important), la stabilité mécanique de la silice est un élément fondamental : le support Kromasil® est connu comme l'un des plus stables disponibles sur le marché. La stabilité chimique est donnée par la nature polymérique du greffon.

Ces caractéristiques permettent l'utilisation de très nombreux solvants tels IPA, EtOAc, $MeCl_2$, THF, … (on a noté que les tampons TFA pouvaient dans certaines conditions favoriser une hydrolyse de la phase). Ces phases sont stables sous conditions de phase normale ou inverse. Dans un laboratoire pharmaceutique, plus de 6000 injections préparatives ont été réalisées sur la même colonne sans dégradation.

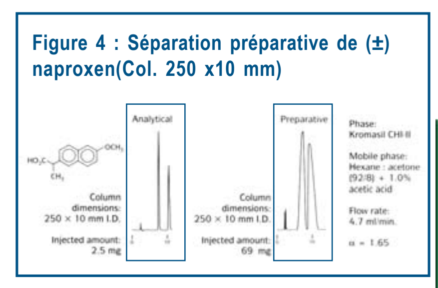
Figure 3 : Séparation préparative du R,S-binaphtol (Colonne compression axiale, ø 50 mm)



Charges admissibles

La capacité de charge importante est donnée par la grande surface spécifique de la silice Kromasil® et le haut taux de greffage du sélecteur chiral. Cette charge est souvent limitée par la valeur du facteur de sélectivité alpha (fig. 3 & 4).

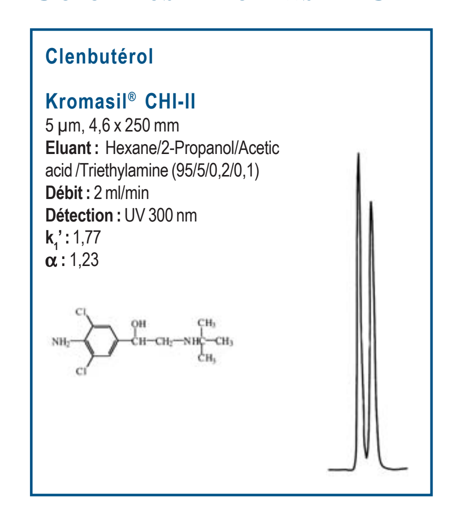
Figure 4 : Séparation préparative de (±) naproxen(Col. 250 x10 mm)



Description	Dimensions	5 µm Réf.	10 µm Réf.
Colonne analytique	250 x 4,6 mm		
Kromasil® CHI-I		334260	730660
Kromasil® CHI-II		334270	730670
Colonnes semi-préparatives	250 x 10 mm		
Kromasil® CHI-I		730570	730610
Kromasil® CHI-II		730590	730640
Colonnes préparatives	250 x 20 mm		
Kromasil® CHI-I		730580	730620
Kromasil® CHI-II		730600	730650
Kromasil® CHI-I & II			
Phase en vrac	10 µm		
Kromasil® CHI-I & II (100 g minimum)			

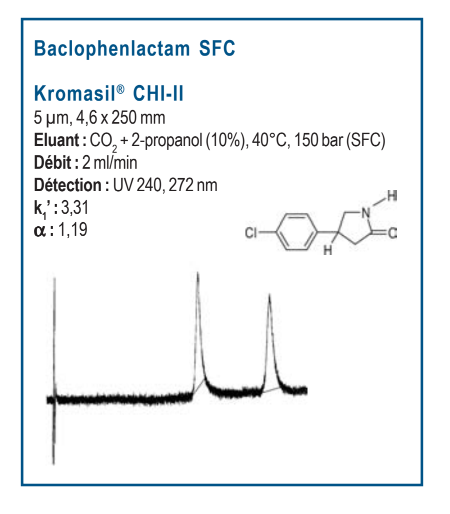
Colonnes HPLC Chirales - Autres types

Colonnes Kromasil® CHI-I & CHI-II



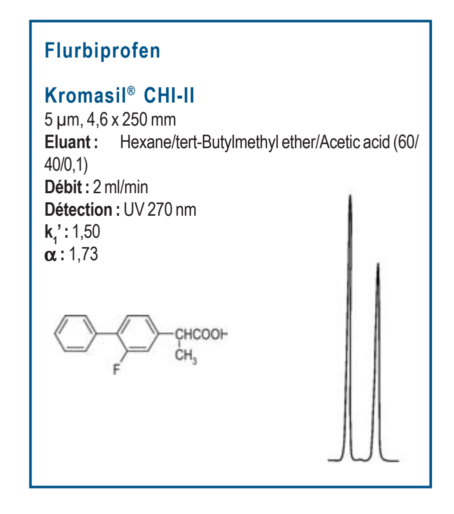
Clenbutérol

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/2-Propanol/Acetic acid /Triethylamine (95/5/0,2/0,1)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 300 nm
k_1' : 1,77
α : 1,23



Baclophenlactam SFC

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : CO_2 + 2-propanol (10%), 40°C, 150 bar (SFC)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 240, 272 nm
k_1' : 3,31
α : 1,19

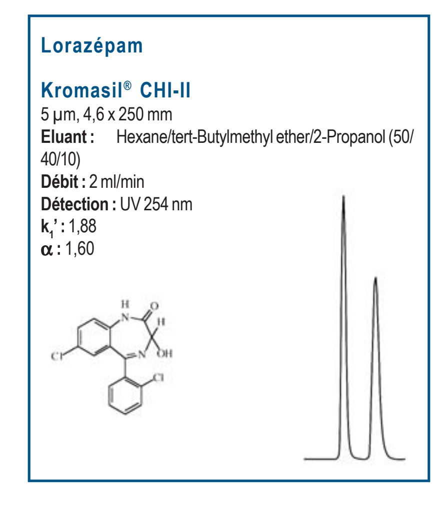


Flurbiprofen

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/tert-Butylmethyl ether/Acetic acid (60/40/0,1)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 270 nm
k_1' : 1,50
α : 1,73

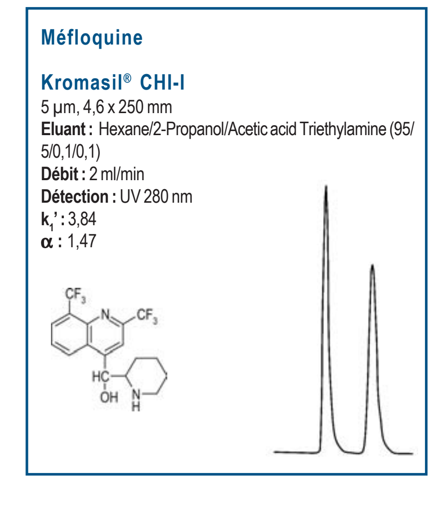
Chlorthalidon

Kromasil® CHI-I
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/2-Propanol (95/5)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 254 nm
k_1' : 3,41
α : 1,60



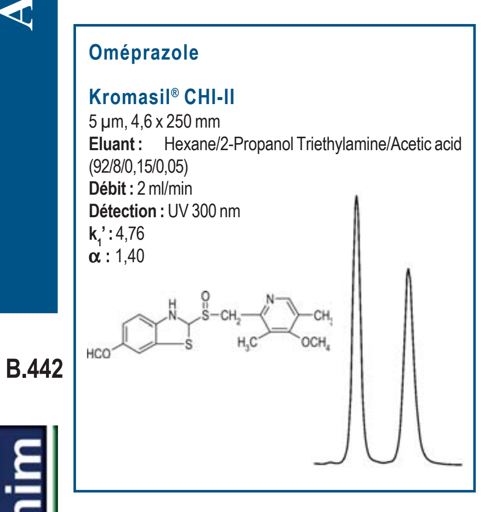
Lorazépam

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/tert-Butylmethyl ether/2-Propanol (50/40/10)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 254 nm
k_1' : 1,88
α : 1,60



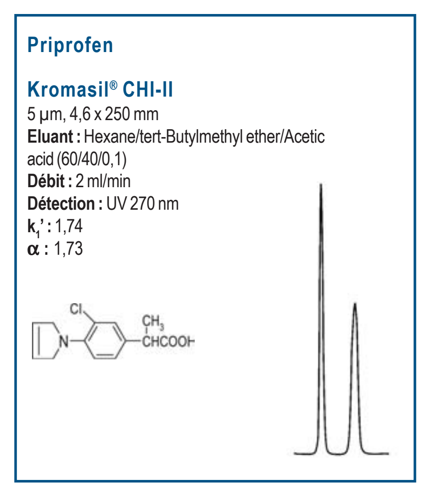
Méfloquine

Kromasil® CHI-I
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/2-Propanol/Acetic acid Triethylamine (95/5/0,1/0,1)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 280 nm
k_1' : 3,84
α : 1,47



Oméprazole

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/2-Propanol Triethylamine/Acetic acid (92/8/0,15/0,05)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 300 nm
k_1' : 4,76
α : 1,40



Priprofen

Kromasil® CHI-II
5 µm, 4,6 x 250 mm
Eluant : Hexane/tert-Butylmethyl ether/Acetic acid (60/40/0,1)
Débit : 2 ml/min
Détection : UV 270 nm
k_1' : 1,74
α : 1,73

Quelques applications réalisées (liste sur demande)

Produits	α
Acenocoumarol	1,14
Bendroflumethiazid	1,18
Benoxaprofen	1,72
Binaphtol	1,99
Bupivacaine	1,60
Camazepam	1,25
Carprofen	1,63
Carticaine	1,24
Chlormezanone	1,17
Clenbuterol	1,23
Epithiazid	1,24
Etodolac	1,25
Hexobarbital	1,19
... etc	

Tel 33 (0)4 70 03 88 55 ● Hot line 33 (0)4 70 03 73 09 ● Fax 33 (0)4 70 03 82 60